

## End gp.-capped dimer alcohol- and trimer alcohol alkoxylate(s) - prep'd. by reaction of dimer alcohol- or trimer alcohol alkoxylate with alkylating agent

Patent Number : **DE19513391**

International patents classification : C07C-043/13 B01F-017/42 C07C-041/01 C11D-001/72

**Abstract :**

DE19513391 A End gp.-capped dimer alcohol- and trimer alcohol alkoxylates, which are prepared by reaction of a dimer alcohol- or trimer alcohol alkoxylate in conventional fashion with an alkylating agent (selected from alkyl halides, benzyl halides, dialkyl sulphates and dialkyl phosphates), are new.

USE - The above prods. are useful as low foaming surfactants, e.g., in detergents compsns..

ADVANTAGE - The prods., are water soluble, biodegradable and have good cleaning and wetting capacity. (Dwg.0/0)

**Publication data :**

Patent Family : DE19513391 A1 19961010 DW1996-46 C07C-043/13 3p \* AP: 1995DE-1013391 19950408

Priority n° : 1995DE-1013391 19950408

Covered countries : 1

Publications count : 1

**Patentee & Inventor(s) :**

Patent assignee : (HENK ) HENKEL KGAA

Inventor(s) : RATHS C; RUEBEN R; WESTFECHTEL A

**Accession codes :**

Accession N° : 1996-456404 [46]

Sec. Acc. n° CPI : C1996-143151

**Derwent codes :**

Manual code : CPI: A10-E08A A12-W12A

A12-W12C D11-A D11-D06 E10-E04C

E10-E04F E10-H01D

Derwent Classes : A25 A97 D25 E19

Compound Numbers : 9646-A2101-P 9646-

A2102-P 9646-A2103-P

**Update codes :**

Basic update code : 1996-46



⑯ BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑯ Offenl gungsschrift  
⑯ DE 195 13 391 A 1

⑯ Int. Cl. 6:  
**C 07 C 43/13**  
C 07 C 41/01  
B 01 F 17/42  
C 11 D 1/72

⑯ Aktenzeichen: 195 13 391.9  
⑯ Anmeldetag: 8. 4. 95  
⑯ Offenlegungstag: 10. 10. 96

DE 195 13 391 A 1

⑯ Anmelder:

Henkel KGaA, 40589 Düsseldorf, DE

⑯ Erfinder:

Raths, Christian, Dr., 40789 Monheim, DE; Rüben,  
Rainer, 40597 Düsseldorf, DE; Westfechtel, Alfred,  
Dr., 40723 Hilden, DE

⑯ Bi- und multifunktionelle Mischether

⑯ Es werden endgruppenverschlossene Dimeralkohol- und Trimeralkoholalkoxylate beansprucht, die dadurch erhältlich sind, daß man Dimeralkohol- und Trimeralkoholalkoxylate in an sich bekannter Weise mit einem Alkylierungsmittel ausgewählt aus der Gruppe, die von Alkyhalogeniden, Benzylhalogeniden, Dialkylsulfaten und Dialkylphosphaten gebildet wird, umsetzt. Die Verbindungen verfügen über ausgezeichnete Netz- und Reinigungseigenschaften, sind gut wasserlöslich, schaumarm und alkalibeständig.

DE 195 13 391 A 1

## Gegenstand der Erfindung

Die vorliegende Erfindung betrifft endgruppenverschlossene Dimeralkohol- und Trimeralkoholalkoxylate sowie ein Verfahren zu ihrer Herstellung und ihre Verwendung als schaumarme Tenside.

## Stand der Technik

Im Hinblick auf die zur Verfügung stehenden oberflächenaktiven Stoffe ist es ausgesprochen schwierig, bei der Auswahl der Substanzen für Wasch- und Reinigungsmittel allen Kriterien, wie Netzeigenschaften, Schaumarmut, Alkalibeständigkeit und biologischer Abbaubarkeit in gleicher Weise gerecht zu werden. Nichtionische Tenside, wie beispielsweise Fettalkohol, Polyglykolether, sind zwar praktisch schaumfrei, die Benetzung insbesondere von festen Oberflächen ist jedoch unzureichend. Auf der anderen Seite zeichnen sich die anionischen Tenside, wie beispielsweise Alkylbenzolsulfonate, zwar häufig durch gute Netzeigenschaften aus, jedoch entwickeln sie zu viel Schaum, insbesondere dann, wenn sie als wäßrige Lösungen durch Düsen verspritzt werden. Hinzukommt, daß die anionischen Tenside ökologisch nicht unbedenklich sind.

Aus der DE-A-37 44 525 sind endgruppenverschlossene Fettalkoholpolyglykolether, sogenannte "Mischether" bekannt, die durch Veretherung von Fettalkoholpolyglycolethern mit Alkylhalogeniden in Gegenwart von Alkalihydroxiden erhalten werden. Diese Produkte erfüllen zwar die Anforderungen an Schaumarmut, Alkalibeständigkeit und biologische Abbaubarkeit, jedoch ist ihr Netzvermögen nicht zufriedenstellend.

Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung bestand somit darin, neue schaumarme nichtionische Tenside zu entwickeln, die sich durch gute Netzeigenschaften auszeichnen.

## Beschreibung der Erfindung

Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind endgruppenverschlossene Dimeralkohol- und Trimeralkoholalkoxylate, die dadurch erhältlich sind, daß man Dimeralkohol- und Trimeralkoholalkoxylate in an sich bekannter Weise mit einem Alkylierungsmittel ausgewählt aus der Gruppe, die von Alkylhalogeniden, Benzylhalogeniden, Dialkylsulfaten und Dialkylphosphaten gebildet wird, umsetzt.

Überraschenderweise wurde festgestellt, daß die erfindungsgemäßen endgruppenverschlossenen Dimeralkohol- und Trimeralkoholalkoxylate über ausgezeichnete Netz- und Reinigungseigenschaften verfügen, gut wasserlöslich, schaumarm, alkalibeständig und leicht biologisch abbaubar sind.

Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung von endgruppenverschlossenen Dimeralkohol- und Trimeralkoholalkoxylaten, dadurch gekennzeichnet, daß man Dimeralkohol- und Trimeralkoholalkoxylate in an sich bekannter Weise mit einem Alkylierungsmittel ausgewählt aus der Gruppe, die von Alkylhalogeniden, Benzylhalogeniden, Dialkylsulfaten und Dialkylphosphaten gebildet wird, 65 umsetzt.

Dimer- und Trimeralkohole sind im Handel erhältliche Verbindungen und können beispielsweise durch Reduktion von Dimer- und Trimerfettsäureestern gewonnen werden. Die Dimer- und Trimerfettsäuren selbst können z. B. durch Oligomerisierung von ungesättigten Fettsäuren erhalten werden. Die Dimer- und Trimerfettsäuren sind in der Regel Gemische aus acyclischen und cyclischen Dicarbonsäuren mit durchschnittlich 36 bis 44 Kohlenstoffatomen [vgl. A. Hinze in Fette & Öle, 26 (1994)].

Aus den Dimer- und Trimeralkoholen können die Dimer- und Trimeralkoholalkoxylate in an sich bekannter Weise durch Alkoxylierung der Dimer- und Trimeralkohole erhalten werden. Die Alkoxylate können 1 bis 30 Alkoxygruppen pro OH-Gruppe enthalten. Zu den bevorzugt eingesetzten Alkoxyaten gehören beispielsweise die Ethoxyate und die Propoxyate oder Addukte die sowohl Ethoxy- als auch Propoxygruppen im Molekül enthalten. Besonders bevorzugt werden Addukte mit durchschnittlich 1 bis 20 Mol Ethylenoxid pro OH-Gruppe eingesetzt, die gegebenenfalls auch durchschnittlich 1 bis 5 Mol Propylenoxid pro Mol Alkohol enthalten können. Die angegebenen Alkoxylierungsgrade stellen statistische Mittelwerte dar, die für ein spezielles Produkt eine ganze oder eine gebrochene Zahl sein können.

## Alkylierungsmittel

Typische Beispiele für Alkylierungsmittel, die im Sinne der Erfindung Verwendung finden können, sind Methylchlorid, Dimethylsulfat, Diethylsulfat, Diethylphosphat, Benzylchlorid und vorzugsweise Butylchlorid.

## Herstellungsverfahren

Die Herstellung der erfindungsgemäßen endgruppenverschlossenen Dimeralkohol- und Trimeralkoholalkoxylate kann in an sich bekannter Weise durch Umsetzung der Dimeralkohol- und Trimeralkoholalkoxylate mit dem Alkylierungsmittel erfolgen. Die Alkylierungsmittel können in einer Menge von 0,8 bis 2 Mol pro freier OH-Gruppe eingesetzt werden. Die Umsetzung erfolgt bevorzugt in Gegenwart einer starken Base, insbesondere Alkalihydroxiden, wie z. B. NaOH und KOH, eingesetzt. Die Base und das Alkylhalogenid können in einem molaren Verhältnis von 0,5 bis 2 eingesetzt werden, wobei äquimolare Menge besonders bevorzugt sind. Die Base kann in Form ihrer konzentrierten wäßrigen Lösungen zugefügt werden oder, wie es in der deutschen Patentschrift DE-PS 37 44 525 beschrieben ist, in fester Form zugegeben werden. Die Reaktionstemperatur liegt üblicherweise zwischen 60 und 140°C.

Die Aufarbeitung des Reaktionsproduktes erfolgt in an sich bekannter Weise. Zum Abtrennen des gebildeten Alkalimetallhalogenids oder -sulfats kann das Rohprodukt mit Wasser versetzt werden. Das Produkt befindet sich dann in der organischen Phase, während das Halogenid oder Sulfat im Wasser gelöst vorliegt. Noch vorhandene Ausgangsmaterialien wie Alkylierungsmittel und Wasser können durch Destillation des Rohproduktes entfernt werden.

## Gewerbliche Anwendbarkeit

Die erfindungsgemäßen endgruppenverschlossenen

Dimeralkohol- und Trimeralkoholalkoxylate sind gut wasserlöslich, schaumarm, alkalibeständig, leicht biologisch abbaubar und verfügen über ein ausgezeichnetes Netz- und Reinigungsvermögen. Ein weiterer Gegenstand der Erfindung betrifft daher die Verwendung der erfundungsgemäßen Verbindungen als schaumarne Tenside, die insbesondere in Allzweckreinigern, Geschirrspülmitteln und in gewerblichen Reinigungsmitteln, die zur Spritz- oder Sprühreinigung eingesetzt werden, verwendet werden können, sowie zur Herstellung von oberflächenaktiven Mitteln, die die erfundungsgemäßen Verbindungen in Mengen von 1—100, vorzugsweise 15—95 Gew.-%. — bezogen auf die Mittel, enthalten können.

Die folgenden Beispiele sollen den Gegenstand der Erfindung näher erläutern, ohne ihn darauf einzuschränken.

#### Beispiele

##### Beispiel 1

520 g (0,38 Mol) C<sub>36</sub>-Dimeralkohol mit 10 Ethylenoxideinheiten (MG = 1368,5) und 100,3 g 85%ige KOH (1,52 Mol) wurden unter Stickstoff im Reaktionsgefäß vorgelegt und auf 100°C erhitzt. 140,7 g Butylchlorid (1,52 Mol) wurden innerhalb von 15 Min. zugetropft. Anschließend wurde das Reaktionsgemisch bis zum schwachen Rückfluß erhitzt und 8 Stunden bei dieser Temperatur gehalten. Zur Aufarbeitung des Rohproduktes wurden etwa 450 ml Wasser zugesetzt, der pH-Wert wurde mit Salzsäure auf ca. 7 eingestellt. Die Phasentrennung dieses Gemisches erfolgte in einem Heißdampfschütteltrichter bei etwa 70 bis 80°C. Die Produktphase wurde anschließend noch zweimal mit je 500 ml bei dieser Temperatur gewaschen. Die organische Phase wurde dann im Wasserstrahlvakuum destilliert, um überschüssiges BuCl und Wasser zu entfernen. Beim Abkühlen ausgefallenes Salz wurde abfiltriert. Man erhält eine hellgelbe viskose Flüssigkeit mit einer OH-Zahl von 4,4.

Ausbeute: 524 g (93% d. Th.)

##### Beispiel 2

Wie im Beispiel 1 wurden 520 g (0,256 Mol) C<sub>54</sub>-Trimertriol mit 10 Ethylenoxideinheiten (MG = 2028) mit 101,65 g 85%iger KOH (1,54 Mol) und 142,6 g BuCl (1,54 Mol) umgesetzt und aufgearbeitet. Es wurde ein hellgelbes Produkt mit einer restlichen OH-Zahl von 3,4 erhalten.

Ausbeute: 526,0 g (93% d. Th.)

#### Patentansprüche

1. Endgruppenverschlossene Dimeralkohol- und Trimeralkoholalkoxylate, die dadurch erhältlich sind, daß man Dimeralkohol- und Trimeralkoholalkoxylate in an sich bekannter Weise mit einem Alkylierungsmittel ausgewählt aus der Gruppe, die von Alkylhalogeniden, Benzylhalogeniden, Dialkylsulfaten und Dialkylphosphaten gebildet wird, umsetzt.
2. Verfahren zur Herstellung von endgruppenverschlossenen Dimeralkohol- und Trimeralkoholalkoxylaten, dadurch gekennzeichnet, daß man Dimeralkohol- und Trimeralkoholalkoxylate in an sich bekannter Weise mit einem Alkylierungsmittel

ausgewählt aus der Gruppe, die von Alkylhalogeniden, Benzylhalogeniden, Dialkylsulfaten und Dialkylphosphaten gebildet wird, umsetzt.

3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Dimeralkohol- und Trimeralkoholalkoxylate von 1 bis 30 Alkoxygruppen pro OH-Gruppe des Dimeralkohols oder Trimeralkohols aufweisen.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, daß man als Dimeralkohol- und Trimeralkoholalkoxylate Anlagerungsprodukte von Ethylenoxid und Propylenoxid an Dimeralkohol und Trimeralkohol einsetzt.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß man als Alkylierungsmittel Methylchlorid, Dimethylsulfat, Diethylsulfat, Diethylphosphat, Benzylchlorid und vorzugsweise Butylchlorid verwendet.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß man Dimeralkohole mit durchschnittlich 36 bis 44 Kohlenstoffatomen oder Trimeralkohole mit durchschnittlich 54 bis 66 Kohlenstoffatomen einsetzt.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß man die Reaktion in Gegenwart einer starken Base durchführt.
8. Verwendung der endgruppenverschlossenen Dimeralkohol- und Trimeralkoholalkoxylate nach Anspruch 1 als schaumarne Tenside.

**- Leerseite -**